# This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

## IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

## CARBONACEOUS COMPACT, ANTIOXIDANT OF CARBONACEOUS COMPACT AND ME FOR PREVENTING ITS OXIDATION

Patent number:

JP9301786

**Publication date:** 

1997-11-25

Inventor:

USHIGOE KENJI; INOUE YOSHIO; NIKAIDO MITSUNOBU; KAMIYAMA MITSUTAKA

Applicant:

KOBE STEEL LTD

Classification:

- international:

C04B41/87

- european:

Application number: JP19960118053 19960513

Priority number(s):

#### Abstract of JP9301786

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a carbonaceous compact having improved oxidation resistance without deteriorating satisfactory characteristics peculiar to carbon itself, e.g. wear resistance by forming a glass coating for preventing oxidation on the surface of a compact made of a carbonaceous material.

SOLUTION: A glass coating film is formed on the surface of a compact made of a carbonaceous material to obt the objective carbonaceous compact excellent in oxidation resistance. The glass coating film contains a borate the thickness of the film is preferably 10-400&mu m. The objective antioxidant of a carbonaceous compact exce in peeling resistance as well as oxidation resistance is produced by suspending 70-89.4 pts.wt. boric acid and/o ammonium borate, 10-30 pts.wt. at least one kind of oxidation resistant material selected from among nitrides, carbide, oxides and silicides of metals, 0.1-2 pts.wt. org. binder and 0.5-2 pts.wt. surfactant in water.

### (19)日本国特部庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出顧公開番号

特開平9-301786

(43)公開日 平成9年(1997)11月25日

(51) Int.Cl.º C 0 4 B 41/87 酸別記号 庁内整理番号

FΙ

C04B 41/87

技術表示箇所

U

審査耐求 未請求 請求項の数9 OL (全 6 頁)

(21)出願番号

特願平8-118053

(22)出版日

平成8年(1996)5月13日

(71)出顧人 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号

(72) 発明者 牛越 憲治

神戸市西区高級台1丁目5番5号 株式会

社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(72)発明者 井上 良男

神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号 株式

会社神戸藝術所神戸本社内

(72)発明者 二階堂 光信

神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号 株式

会社神戸製鋼所神戸本社内

(74)代理人 弁理士 植木 久一

最終買に続く

## (54) 【発明の名称】 炭素質成形体、炭素質成形体の酸化防止剤およびその酸化防止方法

#### (57) 【要約】

【課題】 耐摩耗性等といった炭素自体の有する良好な 特性を低下させることなく、耐酸化性を向上させると共 に耐剥離性も改善された炭素質成形体を提供する。

【解決手段】 炭素質材料からなる成形体の表面に酸化 防止用ガラス皮膜を形成した耐酸化性に優れた炭素質成 形体である。この酸化防止用ガラス皮膜はホウ酸塩を含 有することが好ましい。

(2)

特朗平9-301786

1

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 炭素質材料からなる成形体の表面に酸化 防止用ガラス皮膜を形成したものであることを特徴とす る耐酸化性に優れた炭素質成形体。

【請求項2】 前記酸化防止用ガラス皮膜がホウ酸塩を 含有するものである請求項1に記載の成形体。

【請求項3】 前記酸化防止用ガラス皮膜の厚さが10 ~400μmである請求項1または2に記載の成形体。 【請求項4】 おり酸物ガラス形成性状態を含むするこ

【請求項4】 ホウ酸塩ガラス形成性材料を含有することを特徴とする炭素質成形体の酸化防止剤。

【請求項5】 前記材料が、ホウ酸及び/又はホウ酸ア ンモニウムである請求項4に記載の酸化防止剤。

【請求項6】 ホウ酸及び/又はホウ酸アンモニウム: 70~89.4 重量部;金属塗化物、金属炭化物、金属炭化物、金属炭化物、金属炭化物、金属炭化物、金属炭化物、金属炭化物、金属ケイ化物よりなる群から選択される少なくとも1種の耐酸化性物質:10~30重量部;有機粘結剂:0.1~2重量部および界面活性剂:0.5~2重量部を水に懸濁させたものであることを特徴とする耐剥離性に優れた炭素質成形体の酸化防止剂。

【請求項7】 前記耐酸化性物質が窒化ホウ素及び/又 20 は炭化ケイ素である請求項6に記載の酸化防止剤。

【請求項8】 ホウ酸及び/又はホウ酸アンモニウム: 70~89.4 重量部;金属塗化物、金属炭化物、金属炭化物、金属炭化物、金属炭化物、金属炭化物、金属炭化物、金属ケイ化物よりなる群から選択される少なくとも1種の耐酸化性物質:10~30重量部:7機粘結剤:0.1~2重量部および界面活性剤:0.5~2重量部となる様に、

まず、ホウ酸及び/又はホウ酸アンモニウム、並びに前記耐酸化性物質を水中に懸濁させた後、次いで有機粘結剤および界面活性剤を加えたものを炭素質成形体に塗布 30 してから、580~800℃で焼き付けることを特徴とする炭素質成形体の酸化防止方法。

【 請求項 9 】 前記焼き付け処理により、10~400 μ mの酸化防止用ガラス皮膜が形成されるものである請求項 8 に記載の酸化防止方法。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、黒鉛電極, るつぼ, 炉等の構造材料;耐熱材料;ブレーキ材料等の如く 炭素/炭素複合材料からなる成形体(以下、炭素質成形 40 体と呼ぶ場合がある)の酸化を防止することのできる酸 化防止剤、および該酸化防止剤で処理された炭素質成形 体、並びにその酸化防止方法に関するものである。

#### [0002]

【従来の技術】炭素質材料からなる成形体は、その主成分である炭素が耐熱性に優れているので有用であるが、高温で比較的容易に酸化され易いという欠点を有している。そこで、この様な欠点を克服すべく様々な提案がされている。

【0003】例えば、炭素質成形体を、SiO2、Al 50 70~89. 4 電量部

※ O<sub>3</sub>、 TiO<sub>2</sub>、 Mg O等の企展酸化物:B<sub>4</sub> C. Si C等の企展炭化物:BN等の金属窒化物:企属ケイ化物等といった耐酸化性物質の水懸凋液に含浸したり、或いは該水懸凋液を炭素質成形体の表面に塗布する等の方法が提案されている。ところが、上記水懸渦液は炭素質成形体に対する密着性が悪く、その為、良好な耐酸化性能を発揮することができないという問題があった。

【0004】そこで、炭素質成形体に対する密着性の向上を目的として、溶射方法や気相蒸着法学により上記耐砂 酸化性物質を被覆する方法が行われている。しかしながら、これらの方法を採用するには大規模な処理設備を必要とし、処理費用も高くつく等、炭素材料等の一般工業材料に適用するには極めて不経済である。

【0005】その他、ホウ酸をグリセリンに溶解した酸化防止剤を製鋼用黒鉛電極の表面に施す方法が拠案されている(特公昭64-6129号)。この方法は、ホウ酸が熱分解して生じる酸化ホウ素による酸化防止作用を期待するものであり、溶媒として、ホウ酸の溶解度が大きいグリセリンを使用することにより高濃度の均質溶液とし、十分な酸化防止作用を与えると共に、黒鉛電極への浸透性・縮れ性を改善しようとするものである。しかしながら、ホウ酸を熱処理して得られる酸化ホウ素の融点は約577℃であるから、それよりも高温では酸化ホウ素が液体となって黒鉛電極内部にまで侵入し、炭素自体の有する耐摩耗性等に悪影響を及ぼす様になる。

#### [0006]

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記事情に若 目してなされたものであって、その目的は、耐摩耗性等 といった炭素自体の有する良好な特性を低下させること なく、耐酸化性を向上させると共に耐剥離性も改善され た炭素質成形体および該成形体の酸化防止剤、並びに該 炭素質成形体の酸化防止方法を提供しようとするもので ある。

#### [0007]

【課題を解決するための手段】上記課題を解決することのできた本発明に係る炭素質成形体とは、炭素質材料からなる成形体の表面に酸化防止用ガラス皮膜を形成したところに要旨を有するものである。上記酸化防止用ガラス皮膜がホウ酸塩を含有するものや、該皮膜の膜厚が10~400μmであるものは、本発明の好ましい実施像様である。

【0008】また、上記課題を解決することのできた炭素質成形体の酸化防止剤は、ホウ酸塩ガラス形成性材料を含有するところに要旨を有するものである。この材料は、ホウ酸及び/又はホウ酸アンモニウムが好ましい。 更に、耐酸化性と共に耐剥離性の改善を図ることのできた炭素質成形体の酸化防止剤は、以下の組成成分を水に懸濁させたところに要旨を有する。

【0009】 ①ホウ酸及び/又はホウ酸アンモニウム: 70~89 4 電量部

特開平9-301786

②企匠窒化物、金属炭化物、金属酸化物、金属ケイ化物 よりなる群から選択される少なくとも1種の耐酸化性物

質:10~30重量部 ③有機粘結剂: 0. 1~2重量部

④界面活性剤: 0. 5~2重量部

ここで、上記耐酸化性物質としては、窒化ホウ溶及び/ 又は炭化ケイ素の使用が推奨される。

【0010】更に、上記課題を解決することのできた炭 紫質成形体の酸化防止方法とは、上記①~②の成分組成 となる様に、まず、①ホウ酸及び/又はホウ酸アンモニ 10 化性の向上が得られる点でも非常に有用である。以下、 ウム、並びに②耐酸化性物質を水中に懸濁させた後、③ 有機粘結剤および④界面活性剤を加えたものを炭素質成 形体に途布してから、580~800℃で焼き付けると ころに要旨を有するものである。耐剥離性の更なる向上 という観点からすれば、焼き付け処理により10~40 Oμmの酸化防止用ガラス皮膜を形成することが推奨さ れる。

#### [0011]

【兖明の実施の形態】本発明は、炭紫質材料からなる成 形体の表面に酸化防止用ガラス皮膜を形成したものであ 20 る点に技術的思想を有する。具体的には、炭素質成形体 の酸化防止剤としてガラス形成性材料を用い、炭素質成 形体を非結晶質のガラスで被覆することにより、高度の 酸化防止作用を付与するものであり、更に、耐剥離性の 向上を目的として、後記する如く他の成分を所定量配合 することにより、成形体との密着性も高められた炭素質 成形体を得るものである。

【0012】尚、既知の酸化防止剤の一つであるSiO 2 も、熱処理すればガラス質化する物質であると言える が、従来技術においては、炭素質成形体の表面にSi〇 30 ェ からなるガラス質酸化防止皮膜を形成させようという 思想は全くなかった。SiOz をガラス質化するには、 本発明における熱処理温度(好ましくは580~800 ℃、後記する)よりも高い温度(1700℃以上)で熱 処理しなければならないが、従来はこの様な高温で処理 しておらず、せいぜい900~1500℃の低温レベル で処理していたに過ぎず、その様な従來技術に、本発明 の技術思想を見出すことはできない。従って、炭素質成 形体の表面に酸化防止用ガラス皮膜を形成するという技 術的思想は、本発明独自のものと言うことができ、本発 40 明では、その技術思想を具現化する為に種々の検討を加 え、発明として完成させたのである。

【0013】また、本発明に用いられるガラス形成性材 料の代表例としては、ホウ酸及び/又はホウ酸アンモニ ウムが挙げられる。このうち、ホウ酸を含有する炭素質 成形体用酸化防止剤は既に阴示されている(特公昭64 - 6 1 2 9 号公報)ことは既に述べた通りである。しか しながら、前述した様に、その組成はホウ酸をグリセリ ンに溶解してなるものであり、約300℃で熱分解して

ある為、酸化ホウ素の融点(約577℃)よりも高い温 度領域では酸化ホウ素が溶解してしまい、耐摩耗性が著 しく損なわれるという問題があった。これに対して、本 発明ではホウ酸塩に代表される如くガラス質化させた酸 化防止皮膜を施すものであり、この様な非結晶質の固体 物質で炭素質成形体を被覆する点で、上記従来方法とは 全く異なるものである。更に、本発明によれば、上記公 報における問題点、即ち炭素が本来有する特性(耐廃耗 性等)を低下させるといった不都合を招くことなく耐酸 本発明における代表的なガラス皮膜であるホウ酸塩ガラ スを形成させる場合を例に挙げ、本発明を詳述する。

【0014】まず、耐酸化性および耐剥離性の両作用を 発排させることのできる酸化防止剤の成分組成は、以下 の通りである。

①ホウ酸及び/又はホウ酸アンモニウム:70~89. 4 重量部

②金枫窒化物,金属炭化物,金属酸化物,金属ケイ化物 よりなる群から選択される少なくとも1種の耐酸化性物 質:10~30重量部

③有機粘結剤 : 0. 1~2重量部 ④界面活性剤 :0.5~2重点部

本発明の酸化防止剤は、上記①~②を水に懸濁させたも のであり、以下各成分について詳述する。

【0015】①ホウ酸及び/又はホウ酸アンモニウム: 70~89. 4 鱼绿部

ホウ酸及び/义はホウ酸アンモニウムは、熱処理により ガラス質に転換し、耐酸化作用を発揮させる主要成分で ある。本発明では、高度の耐酸化性を得る為に①および 後記する②を添加するものであり、両成分による耐酸化 作用を十分発揮させるには、各成分の含有量を適切に調 斃する必要がある。

【0016】ホウ酸及び/又はホウ酸ブンモニウムが7 0 重量部未満では、皮膜全体がガラス質化し、炭素成形 体を覆うことができない。 好ましくは75 電量部以上で あり、より好ましくは79重量部以上である。また、そ の上限は、他の成分(②~④)による作用を有効に発揮 させる為に特定したものであり、89、4m量部を超え て過剰に添加すると、他の耐酸化性物質である②の含有 量が少なくなり、その耐酸化作用が十分得られない。好 ましくは89重量部以下であり、より好ましくは88重 **虽部以下である。尚、本発明では、上記範囲内であれ** ば、ボウ酸/ホウ酸アンモニウムを夫々単独で使用して も良いし、或いは併用しても構わない。また、その種類 もホウ酸/ホウ酸アンモニウムに限定する必要はなく、 熱処理によりしてガラス質化し得るものであれば、他の 本ウ酸塩を使用できることは言うまでもない。

【0017】②耐酸化性物質:10~30重量部 この物質は、本発明において上記のと共に耐酸化性作用 生じる酸化ホウ素による酸化防止作用を期待するもので 50 を発揮するものである。この様な物質としては既知の耐

特開平9-301786

酸化性物質、例えば、SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, MgO等の金属酸化物や、B<sub>4</sub>C, SiC等の金属 炭化物、BN等の金属酸化物、金属ケイ化物等が基けら

炭化物、BN等の金属窒化物、金属ケイ化物等が挙げられるが、高温での安定性および炭素質成形体との密治性を考慮すれば、変化ホウ素及び/又は炭化ケイ素の使用が推奨される。

【0018】これらの物質による耐酸化作用を有効に発揮させる為には10重量部以上添加しなければならない。好ましくは11重量部以上であり、より好ましくは12重量部以上である。しかし、30重量部を超えて添 10加すると必然的に①の添加量が少なくなり、その結果、②の添加によるガラス質の生成が阻害される。好ましくは25重量部以下であり、より好ましくは20重量部以下である。

【0019】③有機粘結剤:0.1~2面風部 有機粘結剤は、炭素質成形体に対する密着性の向上に有 用である。詳細には、上記①および②の粉末を炭素質成 形体の表面に塗布してから①がガラス質化するまでの 間、これらの粉末が成形体表面から剥離しない様、接着 させる役割を育する。この様な作用を有する有機粘結剤 20 としては、例えばCMC (Sodium Carboxymethyl Cellu lose) , PVA (Polyvinyl Alcohol ) , MC (Methyl Cellulose)、HEC (Hidroxyethyl Cellulose) 等が 挙げられる。これらの有機粘結剤を用いる場合には、そ の添加量を0.1~0.5 重量部にする必要がある。 0. 1重量部米満では上記作用を十分発揮させることが できず、全成分を常温で途布した後に熱処理すると、炭 素質成形体表面から剥離してしまう。但し、0.5重量 部を超えて添加すると懸濁液の粘度が高くなり、塗布す るのが困嫌になる。尚、有機粘結剤として澱粉やアルギ 30 ン酸塩を使用することもできるが、その場合には、上記 と同様の観点から1~2年景部とすることが必要であ

【0020】 ④界面活性剤:0.5~2重量部 界面活性剤は、上記①~③を炭素質成形体表面に塗布するに当たり、濡れ性を改善し、均一な耐酸化保護皮膜を 得るのに有用である。この様な作用を有する界面活性剤 としては特に限定されないが、例えばアルキルフェニル エーテル、脂肪酸エステル、硬化ひまし油、ラノリン、 アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム、中性洗剤等が 40 挙げられる。その添加量が0.5 運量部未満では上記作 用を十分発抑させることができない。但し、2 重量部を 超えて添加しても濡れ性に対する向上効果は飽和してしまい、逆に焼き付け時に、ガラス質皮膜が成形体から剥 離してしまう。

【0021】次に、上記成分組成からなる本発明酸化防止剤を用い、炭素質成形体を酸化防止する方法について説明する。まず、所定量の①ホウ酸及び/又はホウ酸アンモニウムと②耐酸化性物質を水中に懸濁させる。水の

添加税は、 $\Omega$ 及び2の種類や含有量によっても左右されるが、概して、 $\Omega$ 及び2の合計量に対して  $2\sim20$ 倍、より好ましくは  $4\sim10$ 倍添加することが好ましい。

ĥ

【0022】次に、上記懸渦被中に、所定性の③有機粘結別および④界面活性剤を加える。この様に、本発明法では①~④の成分を一度に混合するのではなく、二段階に分けて添加しており、それによって、これらの成分を成形体表面に均一に鈍布させることができるのである。

【0023】その次に、上記懸濁液を炭素質成形体の表面に塗布した後、580~800℃の焼き付け処理を行う。この様な温度領域で熱処理することにより、ホウ酸及び/又はホウ酸アンモニウムがガラス質に転換し、強固な酸化防止皮膜を形成することができる。焼き付け温度が580℃未満では、ホウ酸及び/又はホウ酸アンモニウムが完全にガラス質化せず、密岩性が不十分である。好ましくは600℃以上であり、より好ましくは700℃以上である。しかし、800℃を超えて加熱してもその作用は飽和してしまい、経済的に無駄である。但し、上記温度範囲では炭素の酸化が起こり易くなるので、所望のガラス質皮膜が形成されるまでの間、不活性雰囲気下にすることが望ましい。

【0024】この様にして形成された酸化防止用ガラス 領皮膜の厚さは  $10\sim400\mu$  mとすることが好ましい。  $10\mu$  m未満では、十分な酸化防止作用が得られない。好ましくは  $20\mu$  m以上であり、より好ましくは  $30\mu$  m以上である。しかし、 $400\mu$  mを超えるとガラス質及膜と炭素質成形体の熱膨張率の差が大きくなって剥離し易くなる。好ましくは  $300\mu$  m以下であり、より好ましくは  $250\mu$  m以下である。

【0025】以下、実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はもとより下記実施例によって制限を受けるものではなく、前・後記の趣旨を逸脱しない範囲で変更を加えて実施することも勿論可能であり、それらは全て本発明の技術範囲に包含される。

[0026]

【実施例】表1に示す組成からなる配合物に、該配合物全量に対して1.5倍の水を加え、得られた懸濁液を、炭素/炭素複合材料(80mm×30mm×8mm)にスプレーで塗布した(15mg乾燥重量/cm²)後、窒素雰囲気下、600℃または800℃で焼き付けた。尚、ホウ酸及びホウ酸アンモニウムは、スプレー噴霧する際の簡便性という観点から、200メッシュ(75μm)以下に粉砕したものを使用した。同様の観点から、BNやSiCも微細化したものを使用した。CMCは「セロゲン」(第一工業製薬株式会社製)を、外面活性剤としては、アルキルフェニルエーテル、脂肪酸エステルまたは硬化ひまし油を使用した。

[0027]

【农1】

8

(5)

特朗平9-301786

	実施的			比較例								
	I	2	3	4	5	1	2	3	4	5	6	7
ホウ酸	79	_	89	79	40	32.0	20	-	-	100	200	-
ホウ酸アン モニウム	-	87	-	-	39	-	29	-	-	-	-	-
SIC	-	12	-	10	20	87. 5	_	-	39	-	-	-
BN	20	-	10	10	-	-	<b>5</b> 0	99	_	-	-	-
СМС	0.5	0.2	0.5	0.5	0, 5	0.2	0.5	1	1	-	0.5	-
界面活性和	0.5	0.8	0.5	0.5	0, 5	0.3	0.5		_	_	0.5	-

【0028】この様にして得られた各試料について、空 気中で700℃、900℃、および1200℃の各温度 で夫々1時間保持したときの酸化消耗量を測定し、酸化 消耗速度(%/h)を算出することにより耐酸化性の指 標とした。また、密着性を評価するに当たっては、90 O℃での酸化消耗試験を行った後の試料表面に、Xの切

\*に、この試料がテープに張り付いて剝がれるかどうかを 観察した(JIS K5400Xカットテープ法)。こ れらの結果を表2に記載する。尚、表中「一」は測定不 能を示す。

[0029]

【表2】

り込みを入れ、セロテーブを貼ってから剥がした場合 \*20

	烧付温度	酸化消	毛速度(タ	カットテープ法		
	(°C)	700 °C	900 °C	1200°C	900 ℃	
实施例1 实施例2 实施例3 实施例4 实施例5	800 800 600 600 700	0.5 0.8 0.7 0.6 0.6	1.1 1.5 1.4 1.5	9. 2 3. 9 3. 5 4. 5 4. 5	全くはがれなし " " " "	
比較例1 比較例3 比較例3 比較例4 比較例5 比較例6 比較例7	400 400 400 400 400 400	1.0 0.6 0.1 0.6 0.2 0.6	9.7 4.9 2.4 2.8 2.2 2.1 11.2	- - 40.6 41.0 45.7	大きくはがれる // // // // // //	

【0030】夜2の結果から以下の様に考察することが できる。本発明の要件を脳足する実施例1~5は、いず れも700℃から商温の1200℃に至る全温度領域に 40 おいて、優れた耐酸化性を示すと共に、密着性も良好で あった。

【0031】これに対して、ホウ酸及び/又はホウ酸ア ンモニウムの含有量が少ない比較例1及び2は、700 ℃における耐酸化性能は水発明例と同程度/若干劣る程 度であったが、900℃では、耐酸化性が水発明例に比 べて著しく低下し、1200℃では測定不能になった。 また、900℃での剥離試験では、セロテープに試料が 張り付いて剥がれてしまった。

いた従来例に相当するものであるが、900℃における 耐酸化性は木発明例に比べて低く、1200℃では測定 不能になった。また、成形体に対する密治性も比較例1 ~2と同様、巫かった。比較例5は、ホウ酸のみを塗布 した例であるが、1200℃における耐酸化性が大きく 低下し、且つ密着性も悪かった。

【0033】比較例6は、SiCとBNを添加しない例 であるが、比較例5と同様、1200℃における耐酸化 性が大きく低下し、且つ密着性も悪かった。比較例で は、炭素質成形体に何も塗布しなかった例であるが、全 温度領域において耐酸化性に劣り、且つ密着性も思いこ とが分かる。尚、上記実施例では、いずれも耐摩耗性等 【0032】比較例3及び4は既知の耐酸化性物質を用 50 といった炭素質成形体が元々有する優れた諸特性はその

(6)

特別平9-301786

10

まま保持できることを確認している。

【0034】即ち、炭素/炭素複合材の摩擦面を除いた 部分の表面に、実施例1の酸化防止剤を塗布し(被裂膜 の厚さは300μmとした)、800℃で焼き付けた 後、摩擦特性を測定した。この材料と、未処理の炭素/ 炭素複合材の摩擦特性を測定したところ、両者ともに原 嫁係数は O. 4 であった。これに対して炭素/炭素複合 材に而リン酸を1%含浸したものにおける磨擦係数は 0.8であり、未処理のものと大きく異なることが分か った。この様に、炭素材料全体に酸化防止材を含浸した 10 【0037】 場合は摩擦特性に大きな影響を与えるのに対し、本発明 では、優れた摩擦物性を保持しつつ、且つ炭素材料の耐 酸化特性を向上させることが可能である。また、摩擦面 に処理を施した場合には、摩耗量を減らすことも可能で ある。

【0035】また、比較例では、いずれも焼付温度を4 00℃で行っているが、その後に施す酸化消耗試験 (7\* \*00℃)が、実質的に焼付と同様の熱履騰を与えること になる。400℃を超える高い焼付温度で実験しても、 それ以上の酸化防止効果は期待できなかった(表には示 さず)。

【0036】更に、実施例において焼付温度を400℃ で行った場合、ホウ酸・ホウ酸アンモニウムがガラス質 に変化せず、酸化防止皮膜の密着性が悪くて炭素成形体 から容易に剥がれてしまい、測定不能であった (表に示 さず)。

【発明の効果】本発明は以上の様に構成されており、耐 摩耗性等といった炭素自体の有する良好な特性を低下さ せることなく、耐酸化性(特に高温での耐酸化性)およ び耐剥離性に優れる炭素質成形体およびその酸化防止剤 を提供することができた。また、上記酸化防止剤を用い た本発明の酸化防止方法は、木発明の炭素質成形体を効 率よく得ることのできる方法である。

フロントページの続き

(72)発明者 上山 光袋

神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会 社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内